# PATE T ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

05-240787

(43)Date of publication of application: 17.09.1993

(51)Int.CI.

GO1N 21/55 GO1N 21/41 G02B 21/00

(21)Application number: 03-043639 (22)Date of filing:

08.03.1991

(71)Applicant: RIKAGAKU KENKYUSHO

(72)Inventor: OKAMOTO TAKAYUKI

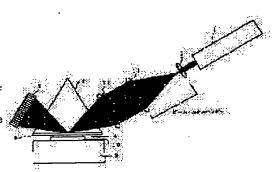
YAMAGUCHI ICHIRO

#### (54) SURFACE PLASMON MICROSCOPE

#### (57)Abstract:

PURPOSE: To provide a device having a wide dynamic range by magnifying a polarized light flux, converging the magnified light flux, projecting it on the surface of a sample coming into contact with a light wave connector through a metallic thin film, and detecting the reflected light spatially.

CONSTITUTION: The light from a laser 1 is magnified once in a diameter of a light flux by means of the first, the second and the third lenses 5, 11 and 12, and next, it is converged on a sample 10, and thereby, a small spot diameter or a wide incident angle range can be obtained. Surface plasmon is excited on the interface between the sample 10 and a metallic thin film 3 due to incidence of the light. The reflected light is received as it is by means of an image sensor 8, and a position of a spatial incident light beam on the sensor 8 shows an incident angle upon the surface of the sample 10. An output from the sensor 8 is converted digitally, and is taken into a calculator, and a resonance angle is found. The sample 10 is moved by means of an X-Y stage 9, and a refraction factor or twodimensional distribution of the film thickness can be also determined.



#### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

17.06.1994

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

2609953

[Date of registration]

13.02.1997

[Number of appeal against examiner's decision of

rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of

rejection]

[Date of extinction of right]

13.02.2003

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

#### (19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報(A)

FΙ

(11)特許出願公開番号

### 特開平5-240787

(43)公開日 平成5年(1993)9月17日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

技術表示箇所

G01N 21/55

7370—2 J

21/41

7370-2 J

G 0 2 B 21/00

7246-2K

審査請求 未請求 請求項の数9(全 5 頁)

(21)出顧番号

特願平3-43639

(22)出願日

平成3年(1991)3月8日

(71)出願人 000006792

理化学研究所

埼玉県和光市広沢2番1号

(72)発明者 岡本 隆之

埼玉県和光市広沢2番1号 理化学研究所

内

(72)発明者 山口 一郎

埼玉県和光市広沢 2番 1号 理化学研究所

内

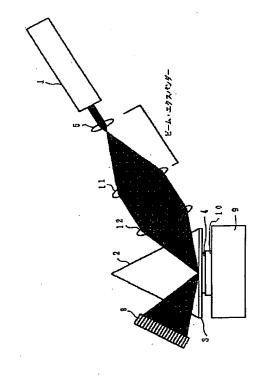
(74)代理人 弁理士 中村 稔 (外7名)

#### (54)【発明の名称】 表面プラズモン顕微鏡

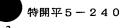
#### (57)【要約】

【目的】 本発明の目的は、反射光強度の測定のみで試料の屈折率もしくは膜厚の絶対値を一意的に決定できる、ダイナミックレンジの広い表面プラズモン顕微鏡を提供することにある。

【構成】 本発明の表面プラズモン顕微鏡は、金属薄膜を介して試料と面接触している光波結合器、P偏向の光束を拡大し、その拡大光束を収束して前記の光波結合器の面接触域に投射する光学系、及び前記の光波結合器の面接触域からの反射光を検出する検出器を備えている。



20



#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 金属薄膜を介して試料と面接触している 光波結合器、P偏向の光束を拡大し、その拡大光束を収 束して前記の光波結合器の面接触域に投射する光学系、 及び前記の光波結合器の面接触域からの反射光を空間的 に検出する検出器を備えたことを特徴とする表面プラズ モン顕微鏡。

【請求項2】 光波結合器がプリズムである請求項1に 記載の表面プラズモン顕微鏡。

【請求項3】 光波結合器が回折格子である請求項1に 10 記載の表面プラズモン顕微鏡。

【請求項4】 検出器はイメージセンサである請求項1 に記載の表面プラズモン顕微鏡。

【請求項5】 金属薄膜を介して試料と面接触している 光波結合器、P偏向の光束を拡大し、その拡大光束を収 束して前記の光波結合器の面接触域に投射する光学系、 前記の光波結合器の面接触域からの反射光を空間的に検 出する検出器、及び前記の光波結合器を移動させる手段 を備えたことを特徴とする表面プラズモン顕微鏡。

【請求項6】 光波結合器がプリズムである請求項5に 記載の表面プラズモン顕微鏡。

【請求項7】 光波結合器が回折格子である請求項5に 記載の表面プラズモン顕微鏡。

【請求項8】 検出器はイメージセンサである請求項5 に記載の表面プラズモン顕微鏡。

【請求項9】 光波結合器を移動させる手段はパルスモ ータステージである請求項5に記載の表面プラズモン顕 微镜。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【産業上の利用発明】本発明は、平坦な試料表面の屈折 率分布、微小な膜厚分布又は表面形状もしくは輪郭を測 定する技術に関するものである。

#### [0002]

【従来技術】光ICなどにおける、光導波路の屈折率分 布の測定はその導波モードを解析するために非常に重要 である。従来この目的には主として干渉顕微鏡が用いら れてきた。しかし、この方法では試料の透過光の位相分 布を測定するため試料を非常に薄く切断する必要があっ た。またこの方法では屈折率の絶対値の測定は困難であ った。又、半導体産業においては半導体表面の薄膜の膜 厚分布の測定は不可欠の技術である。この場合膜厚の絶 対値を測定する装置として偏光解析装置がよく用いられ る。しかし、この装置はレーザーからの平行光(直径1 ミリ程度) をそのまま利用するため空間分解能が不十分 であり、微小な部分の測定は困難であった。

【0003】又、表面プラズモン顕微鏡を使用して試料 の屈折率を測定することも提案されている。すなわち、 試料上の選択した点へ入射角 θ を固定して P 偏光を投射 し、この入射角付近でプラズモンが励起されればそのと 50

きの反射率を求め、その反射率からその試料の選択点の 屈折率を理論計算により求める。図2に示すように、プ リズム2の底面に蒸着した金属薄膜3と誘電体試料10 との界面に光源(ヘリウム・ネオン レーザー)1から P偏光の平行光を照射して表面プラズモン(表面電荷の 電子密度の粗密波)を励起する(4は試料10を金属薄 膜3に密着させるため使用するイマージョン・オイ ル)。このように試料表面10の一点に平行光を投射 し、そしてその点から反射した光をレンズ6を介してピ ンホール7に投射し、光電変換器8で反射光を検出し、 その強度を測定する。入射光強度に対する反射光強度の 比として反射率を決定する。この反射率は試料表面の屈 折率に対して非常に敏感に変化する。 レンズ 6 は反射光 を拡大して空間分解能を拡大するのに必要であり、また X-Yパルス・ステージ9は誘電体試料10とプリズム 2とを一体として間歇的に移動させ、試料表面の異なる 点の反射率を決定するのに使用する。

【0004】ある特定の入射角(共鳴角)で試料表面の 測定点にP偏光を投射しなければ表面プラズモンは励起 されることはない。入射角 θ を固定して P 偏光を投射し ているのであるから、その入射角が共鳴角と離れている 試料では表面プラズモンは励起されない。光源1から試 料表面10へ投射されるΡ偏光の入射角θを変化しなが ら反射光の強度を測定し、その反射光の強度が急減した とき(このとき入射光のエネルギーは表面プラズモン生 成に使用されている)、そのときの入射角(共鳴角)を 測定すれば広い範囲の試料の屈折率を測定できる。しか し入射角を連続的に変えることは機構的に困難である。 [0005]

【発明が解決しようとする課題】表面プラズモン顕微鏡 を利用しての従来の屈折率測定では入射光強度に対する 反射光強度の比として反射率を決定しなければならない が、そのための入射光強度の測定は容易ではない。又、 2つの屈折率において同じ反射率を示すため屈折率が一 意的に求まらない。表面プラズモンが励起される入射角 (共鳴角) は試料によって異なるので、異なる試料につ いて反射率を決定するには入射角をある範囲にわたって 変化することが必要となる。しかしこのような入射角掃 引のための機構の設計は困難である。

【0006】本発明の目的は、反射光強度の測定のみで 試料の屈折率もしくは膜厚の絶対値を一意的に決定でき る、ダイナミックレンジの広い表面プラズモン顕微鏡を 提供することにある。この目的を達成するため本発明の 表面プラズモン顕微鏡ではP偏向の光束を拡大し、その 拡大光束を収束して、プリズムもしくは回折格子のよう な光波結合器と金属薄膜を介して接触している試料表面 へ投射する。試料表面からの反射光の強度を検出器で空 間的に検出し、反射光強度の不連続的な減少を示してい る検出面の座標から共鳴角を決定する。 P 偏向の光束を 拡大し、その拡大光束を収束して金属薄膜と試料との面

10

接触域に投射することによってその面接触域の一点に大きな収斂角で光束を投射することができる。このことは面接触域の一点に対して前記の収斂角にわたって連続的に入射角の異なる無数の光線群が投射されることを意味する。この無数の光線の中にはそれの入射角が共鳴角に等しい光線があり、その光線によって表面プラズモンが励起される。入射角と反射角とは等しいことから、そして表面プラズモンを生成した入射光の強度は減少しているということから、光波結合器の面接触域からの反射光の強度を空間的に検出することによって共鳴角を決定できる。このようにして共鳴角を測定したらその点の試料の屈折率を例えば次式を用いて求めることができる。

#### [0007]

 $n_0$  s i n  $\theta$  =  $n_1$   $n_2$  /  $(n_1^2 + n_2^2)^{1/2}$  ここで $n_0$   $はプリズムの屈折率、<math>n_1$  は金属薄膜の屈折率、 $n_2$  は試料の屈折率、そして $\theta$  は共鳴角である。 又、屈折率 $n_3$  の誘電体の上に屈折率 $n_2$  で厚みd の誘電体の膜があるとすると、この膜厚d を測定するにはこの二層の誘電体が等価的な屈折率 $n_2$  ,を有する誘電体試料であるとみなしてその複合誘電体の屈折率 $n_2$  ,を d 水め、あらかじめ決定しているd  $n_2$  , d d の関係から膜厚を決定することができる。

【0008】光波結合器を移動させる手段、例えばパルスモータステージを設けて試料の屈折率の1次元もしくは2次元分布を決定することもできる。この場合検出器は1次元イメージセンサもしくは2次元イメージセンサを使用する。

#### [0009]

【実施例】図1を参照して本発明の実施例を説明する。 図2と同じ要素には同じ番号を付してあり、それらの要 30 素についての説明は省略する。 ヘリウム・ネオン レー ザー1の直前の第1のレンズ5と下流側の第2のレンズ 11とはビーム・エクスパンダーを構成しており、第2 のレンズ11の下流側の第3のレンズ12は顕微鏡の対 物レンズを構成している。8は反射光を検出するホト・ ダイオードアレーである。金属薄膜3を蒸着したプリズ ム2へ試料10を密着させる。この銀薄膜3は試料10 に蒸着してもよい。レーザー1は表面プラズモン励起の ためP偏光を投射する。1次元あるいは2次元のイメー ジセンサ8で試料表面10からの反射光を検出する。誘 電体試料10は金属薄膜3を介してプリズム2へ密着さ せるのであるが、両者の間にイマージョンオイル4を浸 透させることにより密着が容易となる。この場合イマー ジョンオイルの屈折率はプリズムの屈折率にできるだけ 近いことが望ましい。レーザー1からの光りはビームエ クスパンダーで一旦その光束の径を拡大し、次いで試料 10の上に収束させ、それにより試料上のスポットの径

を小さく、また広い入射角範囲が得られる。光入射により試料10と金属薄膜3との界面に表面プラズモンが励起される。反射光はそのまま、あるいはレンズ系を通して入射面上に置かれたイメージセンサー8で受光される。光束を構成しているそれぞれの光線は反射の法則に従って試料表面の一点で反射してイメージセンサー8を受光され、それ故イメージセンサー8上での空間的な大力光線の位置が試料表面への入射角を表している。イメージセンサー8からの出力はそのまま反射光強度の角度分布を表している。イメージセンサー8からの出力をAD変換器を通して計算機に取り込み、共鳴角を求める。屈折率と共鳴角との関係、あるいは膜厚と共鳴角との関係はあらかじめ理論的に計算してある。試料10をX-Yパルスステージ9などで移動させ屈折率もしくは膜厚の2次元的分布を決定することもできる。

【0010】試料表面を金属薄膜に近接させて配置すると試料表面と金属薄膜との間に薄い空気の層が介在することとなる。この空気層の厚み分布を決定することにより試料表面の輪郭が決定できる。図3に平坦な試料表面の屈折率分布の測定例を示す。レーザー光源は直線偏光のヘリウムネオンレーザーを用いた。励起光の波長が633nmのとき金属薄膜は厚さ55nmの銀薄膜が測定感度の点から最適である。反射光の検出には1024素子の1次元イメージセンサを用いた。得られた反射率分布を平滑化微分し、それが0となる位置から共鳴角を求める。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】図1は本発明の表面プラズモン顕微鏡の原理を 説明する図である。

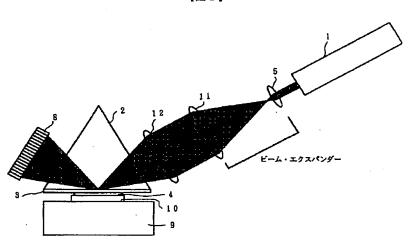
【図2】図2は従来の表面プラズモン顕微鏡の動作を説明する図である。

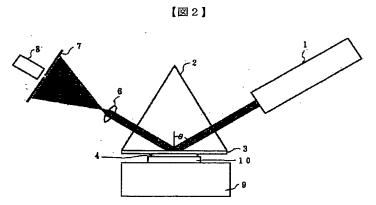
【図3】図3は本発明の表面プラズモン顕微鏡によって 測定した試料の屈折率分布を示す。

#### 【符号の説明】

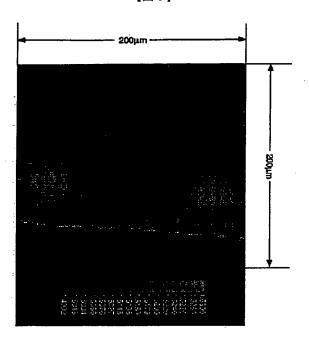
- 1 ヘリウム・ネオン レーザ
- 2 プリズム
- 3 金属薄膜
- 4 イマージョンオイル
- 5 第1のレンズ
- 40 6 レンズ
  - 7 ピンホール
  - 8 光電変換器
  - 9 X-Yパルスステージ
  - 10 誘電体試料
  - 11 第2のレンズ
  - 12 第3のレンズ

【図1】



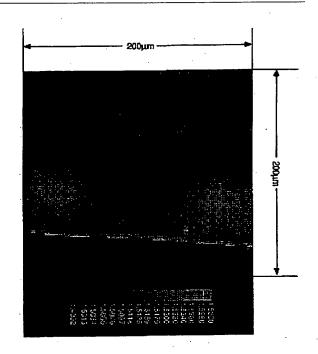






【手続補正書】 【提出日】平成5年3月2日 【手続補正1】 【補正対象書類名】図面 【補正対象項目名】図3 【補正方法】変更 【補正内容】

【図3】



# This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record



## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

X,	BLACK BORDERS
×	IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
×	FADED TEXT OR DRAWING
	BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
	SKEWED/SLANTED IMAGES
×	COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
	GRAY SCALE DOCUMENTS
	LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
	REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
	OTHER:

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.
As rescanning documents will not correct images problems checked, please do not report the problems to the IFW Image Problem Mailbox